

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11209705 A**

(43) Date of publication of application: **03 . 08 . 99**

(51) Int. Cl **C09J 7/02**

(21) Application number: **10010966**

(22) Date of filing: **23 . 01 . 98**

(71) Applicant: **NITTO DENKO CORP**

(72) Inventor: **TOKUNAGA YASUYUKI  
ANDO MASAHICO  
YAMANAKA TAKESHI  
HIKOSAKA WAKA  
HIYORI TAKAYUKI**

**(54) HIGH-PURITY TACKY SHEETS**

**(57) Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain high-purity tacky sheets extremely low in gasified component of a tacky agent layer and especially useful for clean room.

**SOLUTION:** The high-purity tacky sheet has tacky agent

layer(s) comprising a tacky agent composition containing an aliphatic polyester on one or both surfaces of a support which is a plastic film or dust-free paper and has  $\leq 1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  generated gas amount in heating at  $100^\circ\text{C}$  for 1 hr and  $\cong 0.6 \text{ kg}/20 \text{ mm}$  width adhesiveness at room temperature.

**COPYRIGHT:** (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-209705

(43) 公開日 平成11年(1999) 8月3日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 0 9 J 7/02

識別記号

F I

C 0 9 J 7/02

Z

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平10-10966

(22) 出願日 平成10年(1998) 1月23日

(71) 出願人 000003964

日東電工株式会社

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号

(72) 発明者 徳永 泰之

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

(72) 発明者 安藤 雅彦

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

(72) 発明者 山中 剛

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

(74) 代理人 弁理士 林▲ぎ▼元 邦夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高純度粘着シート類

(57) 【要約】

【課題】 粘着剤層のガス化成分が極めて少ない、とくにクリーンルーム用として有用な高純度粘着シート類を提供する。

【解決手段】 支持体の片面または両面に粘着剤層を有し、100℃、1時間加熱時における発生ガス量が1μg/cm<sup>2</sup>以下で、室温における接着力が0.6Kg/20mm幅以上であることを特徴とする高純度粘着シート類。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 支持体の片面または両面に粘着剤層を有し、100℃、1 時間加熱時における発生ガス量が  $1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  以下で、室温における接着力が  $0.6 \text{ Kg}/20 \text{ mm}$  幅以上であることを特徴とする高純度粘着シート類。

【請求項 2】 粘着剤層が脂肪族ポリエステルを含む粘着剤組成物からなる請求項 1 に記載の高純度粘着シート類。

【請求項 3】 支持体がプラスチックフィルムまたは無塵紙である請求項 1 または 2 に記載の高純度粘着シート類。

【請求項 4】 クリーンルーム用として用いられる請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の高純度粘着シート類。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粘着剤層のガス化成分が極めて少ない、シート状やテープ状などの高純度粘着シート類に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、粘着テープ製品は、部品の固定のための接合用、段ボールの梱包用など多くの分野で利用されている。このような粘着テープ製品は、通常、良好に接着しかつその性能を保持するように、設計されており、とくに製造が容易であるという点から、支持体上に設けられる粘着剤層としてアクリル系ポリマーや天然ゴムなどを主成分とした粘着剤組成物が多く用いられている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかるに、天然ゴムを主成分とした粘着剤組成物は、すぐれた接着性を示すものの耐久性が不足するうえに、ゴム臭がある。また、耐久性にすぐれるアクリルポリマーを主成分とした粘着剤組成物にも、アクリル臭がある。

【0004】このように、従来の粘着テープには、ポリマー特有の臭いがあり、このことからわかるように、微量ながらもガス化成分が残っている。このガス化成分は、通常の使用状況では問題とならないが、半導体、医薬品、食品の製造工程などで用いられるクリーンルーム用としては、極微量であつても問題になりつつある。これは、クリーンルームでは、従来、物理的粒子の存在が問題視されこれを取り除くことに注意が払われていたが、近年になり、クリーンルーム内で発生するケミカル汚染が製品不良などの原因として問題視されてきたためである。

【0005】このため、活性炭フィルタなどを用いて、ガス化成分を除去する試みがなされているが、活性炭での吸着除去では、ガス化成分で飽和すると吸着除去能率が低下するため、しばしばその交換が必要となるなどの問題が予想される。現在のところは、粘着テープが汚染源となつている可能性が高いとは考えにくいが高

純度の粘着テープが要求されることは必至である。

【0006】本発明は、このような事情に照らし、粘着剤層のガス化成分が極めて少ない、とくにクリーンルーム用として有用であるシート状やテープ状などの高純度粘着シート類を提供することを目的としている。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の目的に対する鋭意検討の過程において、まず、従来の粘着テープでは、100℃、1 時間加熱時における発生ガス量が一般に  $10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  程度もしくはそれ以上となることを究明した。また、これは、通常の粘着テープの使用状況、つまり室温での使用状況下では、ガス化成分の放出も少なく、包装形態によつては臭いがするといった程度で、とくに問題とならないが、クリーンルーム用として、たとえば、半導体部品の接着固定など、比較的高温の使用環境下に晒されやすい用途などでは、発生ガス量が多くなるおそれがあることを究明した。

【0008】そこで、本発明者らは、上記の知見に基づいて、さらに検討を続けたところ、支持体上に設ける粘着剤層として、適宜の粘着性ポリマーを選択したり、またこれを架橋するなどして、上記粘着剤層に基づく100℃、1 時間加熱時における発生ガス量を所定値以下に抑え、かつ接着力を所定値以上とした特定の粘着シート類を用いることにより、発生ガスに起因した前記問題をきたすことなく、所期の接着固定目的を達成でき、クリーンルーム用として適した性能を発揮させうるものであることを知り、本発明を完成するに至つた。

【0009】すなわち、本発明は、支持体の片面または両面に粘着剤層を有し、100℃、1 時間加熱時における発生ガス量が  $1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  以下で、室温における接着力が  $0.6 \text{ Kg}/20 \text{ mm}$  幅以上であることを特徴とする高純度粘着シート類（請求項 1）に係るものである。とくに、粘着剤層が脂肪族ポリエステルを含む粘着剤組成物からなる上記構成の高純度粘着シート類（請求項 2）、支持体がプラスチックフィルムまたは無塵紙である上記構成の高純度粘着シート類（請求項 3）を提供できるものである。また、本発明は、クリーンルーム用として用いられる上記各構成の高純度粘着シート類（請求項 4）を提供できるものである。

## 【0010】

【発明の実施の形態】本発明の高純度粘着シート類は、支持体の片面または両面に粘着剤層を設けてテープ状やシート状などの形態としたものであり、100℃、1 時間加熱時における発生ガス量が  $1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  以下、好ましくは  $0.5 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  以下であり、かつ室温での接着力が  $0.6 \text{ Kg}/20 \text{ mm}$  幅以上、好ましくは  $1.0 \text{ Kg}/20 \text{ mm}$  幅以上、さらに好ましくは  $1.5 \text{ Kg}/20 \text{ mm}$  幅以上（通常は  $1.0 \text{ Kg}/20 \text{ mm}$  幅まで）とされたものである。

【0011】ここで、ガス化成分が上記のように極めて少なく設定されていることから、通常の使用環境はもち

ろんのこと、比較的高温の使用環境下においてさえも、長期にわたりガス化成分が少なく、高い信頼性をもつて使用可能であり、しかも室温での接着力が上記のように高く設定されているために、部材などの固定などに対し良好な接着性を発揮させることができる。

【0012】支持体としては、クリーンルーム用として適した、とくにガス化成分の少ないものが選択され、一般に、厚さが通常5～100 $\mu$ mのポリイミドフィルム、エチレン-プロピレン共重合体フィルムなどのプラスチックフィルムや無塵紙などが用いられる。また、この支持体の片面または両面に設ける粘着剤層は、厚さが片面で通常5～100 $\mu$ mで、シート類全体のガス化成分および接着力が前記範囲に入るように、適宜の粘着剤が用いられる。この粘着剤には、天然ゴム系やアクリル系などの粘着剤も含まれるが、これらの場合、ガス化成分の上記設定のために、一般の製造条件に比べて、乾燥条件を高度に設定したり、また減圧乾燥などの特別の手段を付加しなければならない。

【0013】これに対し、本発明者らは、天然ゴム系やアクリル系などの粘着剤に代えて、脂肪族ポリエステルを粘着性ポリマーとした粘着剤組成物によると、通常の乾燥条件でガス化成分および接着力が前記の範囲に入る粘着シート類を容易に得ることができ、本発明の粘着剤としてとくに好ましいことを見い出した。すなわち、上記ポリエステルやその合成原料などの特性に基づいて、温度100℃以上（通常150℃まで）、時間10分以内、好ましくは5分以内（通常1分以上）の通常の条件で乾燥するだけで、ガス化成分および接着力が前記範囲に入る本発明の粘着シート類を製造容易に得ることができる。

【0014】このような脂肪族系ポリエステルを主成分とした粘着剤組成物としては、たとえば、カーボネート結合を有する脂肪族ポリエステル、ラクトン構造を持つ脂肪族ポリエステルなどを主成分としたものが挙げられ、とくにこれらの脂肪族ポリエステルにポリイソシアネート化合物などの架橋剤を加えて架橋処理することにより、上記接着力に設定したものが好ましく用いられる。

【0015】なお、これらの粘着剤組成物には、ガス化成分を増加させない限り、従来公知の各種の粘着付与剤を加えてもよい。粘着剤付与剤の使用により粘着性と耐熱性のバランスがとりやすくなることもある。また、無機や有機の充填剤、金属粉、顔料などの粉体、粒子状、箔状物などの公知の各種の添加剤を含ませてもよく、さらに各種の老化防止剤を加えて耐久性を向上させてもよい。

【0016】このように構成される本発明の粘着シート類は、使用環境下でのガス化成分が少なく、かつ高い接着力を示すことから、とくに半導体、医薬品、食品の製造工程などのクリーンルーム用の接着材料として、利用

できる。また、上記のクリーンルーム用に限らず、一般の各種用途にも使用可能である。

#### 【0017】

【実施例】以下に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明の範囲は以下の実施例によりなんら制限を受けるものではない。なお、以下において、部とあるのは重量部を意味するものとする。

#### 【0018】実施例1

四つ口セパラブルフラスコに、攪拌機、温度計および水分離管を付し、ポリカーボネートジオール〔ダイセル化学工業（株）製の「PLACCEL CD210P L」、水酸基価：115KOHmg/g〕250g、セバシン酸51.8g、触媒としてのジブチルチンオキサイド（以下、DBTOという）127mgを仕込み、反応水排出溶剤としての少量のトルエンの存在下、攪拌を開始しながら180℃まで昇温し、この温度で保持した。しばらくすると、水の流出分離が認められ、反応が進行しはじめた。約24時間反応を続けて、重量平均分子量が55,000の脂肪族ポリエステルを得た。

【0019】この脂肪族ポリエステルをトルエンで固形分濃度40重量%に希釈した。これに、脂肪族ポリエステル100部（固形分）に対し、架橋剤としてトリメチロールプロパン／ヘキサメチレンジイソシアネート付加物〔日本ポリウレタン（株）製の「コロネートHL」〕2部（固形分）を加えて、粘着剤組成物とした。この粘着剤組成物を、アプリケーションにより、厚さが38 $\mu$ mの延伸ポリプロピレンフィルムからなる支持体上に塗布し、120℃で3分間乾燥して、厚さが50 $\mu$ mの粘着剤層を形成し、高純度粘着テープを作製した。

#### 【0020】実施例2

四つ口セパラブルフラスコに、攪拌機、温度計および水分離管を付し、ポリカーボネートジオール〔ダイセル化学（株）製の「PLACCEL CD220PL」、水酸基価：56.1KOHmg/g〕250g、アゼライン酸23.5g、触媒としてのDBTOを62mg仕込み、反応水排出溶剤としての少量のトルエンの存在下、攪拌を開始しながら180℃まで昇温し、この温度で保持した。しばらくすると、水の流出分離が認められ、反応が進行しはじめた。約25時間反応を続けて、重量平均分子量が78,000の脂肪族ポリエステルを得た。

【0021】この脂肪族ポリエステルをトルエンで固形分濃度40重量%に希釈した。これに、脂肪族ポリエステル100部（固形分）に対し、架橋剤としてトリメチロールプロパン／トリレンジイソシアネート付加物〔日本ポリウレタン（株）製の「コロネートL」〕1.5部（固形分）を加えて、粘着剤組成物とした。この粘着剤組成物を、アプリケーションにより、厚さが38 $\mu$ mのポリイミドフィルムからなる支持体上に塗布し、130℃で3分間乾燥して、厚さが50 $\mu$ mの粘着剤層を形成し、高純度粘着テープを作製した。

## 【0022】実施例3

架橋剤として、トリメチロールプロパン／ヘキサメチレンジイソシアネート付加物〔日本ポリウレタン（株）製の「コロネートHL」〕2.5部（固形分）を使用した以外は、実施例2と同様にして、粘着剤組成物を得た。この粘着剤組成物を、アプリケーターにより、離型紙上に塗布し、120℃で5分間乾燥し、厚さが50μmの粘着剤層を形成した。これをコロナ処理により表面処理したエチレン－プロピレン共重合体フィルムからなる支持体上にラミネータにより貼り合わせて、上記の粘着剤層を転写して、高純度粘着テープを作製した。

## 【0023】比較例1

アクリル酸ブチル95部とアクリル酸5部との混合物に、トルエン150部とアゾビスイソブチロニトリル0.1部とを加え、窒素雰囲気中、60℃で約7時間溶液重合して、ポリマー溶液を得た。これに、ポリマー100部（固形分）に対して、架橋剤としてトリメチロールプロパン／トリレンジイソシアネート付加物〔日本ポリウレタン（株）製の「コロネートL」〕2部（固形分）を加えて、粘着剤組成物とした。これを、アプリケ  
ターにより、厚さが38μmのポリエチレンテレフタ\*

\* レートフィルムからなる支持体上に塗布し、130℃で5分間乾燥して、厚さが50μmの粘着剤層を形成し、粘着テープを作製した。

【0024】上記の実施例1～3の高純度粘着テープおよび比較例1の粘着テープについて、以下の方法により、加熱発生ガス量の測定および接着力の測定を行った。これらの結果は、下記の表1に示されるとおりであった。

【0025】＜加熱発生ガス量の測定＞粘着テープより10cm<sup>2</sup>の大きさの試料を採取し、粘着面を開放状態にして、容量21.5mlのバイアル瓶に入れて密栓し、ヘツドスペースオートサンブラにより、100℃で1時間加熱した。加熱後、加熱状態のガス1mlをガスクロマトグラフに注入し、ガス量（水分は除く）を測定した。

【0026】＜接着力の測定＞粘着テープ（幅20mm）を被着体としてのアクリル板（ポリメチルメタクリレート）に貼り付け、雰囲気温度23℃、貼り付け時間30分、剥離速度300mm/分の条件で、接着力を測定した。

## 【0027】

表1

	ガス量 (μg/cm <sup>2</sup> )	接着力 (Kg/20mm幅)
実施例1	0.20	1.7
実施例2	0.15	1.7
実施例3	0.15	1.6
比較例1	9.8	1.7

【0028】上記表1の結果から明らかなように、本発明の実施例1～3の各高純度粘着テープは、ガス化成分が極めて少なく、かつ良好な接着性を有しており、半導体、医薬品、食品の製造工程などで用いられるクリーンルーム用として適していることがわかる。これに対し、比較例1の粘着テープでは、ガス化成分が高く、上記クリーンルーム用としては適さない。

※

## ※【0029】

【発明の効果】以上のように、本発明においては、100℃、1時間加熱時における発生ガス量が所定値以下となり、かつ接着力が所定値以上となる構成としたことにより、使用環境下での発生ガス量が少なく、かつ高い接着力を示す、クリーンルーム用として適した高純度粘着シート類を提供することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 彦坂 和香

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

★

★(72)発明者 日和 隆之

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内